

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-158614  
(43)Date of publication of application : 15.06.1999

---

(51)Int.CI. C23C 14/34  
C22F 1/08  
// C22F 1/00  
C22F 1/00  
C22F 1/00  
C22F 1/00  
C22F 1/00  
C22F 1/00

---

(21)Application number : 09-344254 (71)Applicant : HITACHI METALS LTD  
(22)Date of filing : 28.11.1997 (72)Inventor : KUBOI TAKESHI

---

## (54) COPPER TARGET FOR SPUTTERING AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a copper target for sputtering in which the directional properties of sputtering particles is made uniform and the generation of coarse clusters is reduced and to provide a producing method therefor.

SOLUTION: This copper target for sputtering is the one in which, in pure copper having 99.995 wt.% purity, it has a substantially recrystallized structure, has 80 micron average particle size and also as 100 Vickers hardness. Preferably, the average particle size is regulated to 30 micron, and the maximum particle size is regulated to 100 micron.

Moreover, the producing method is the one in which an ingot of pure copper having 99.995 wt.% purity is subjected to hot working, is thereafter annealed at 900° C, is next subjected to cold rolling at 40% draft and is subsequently subjected to recrystallization annealing at 500° C to obtain the target.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.10.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 純度が99.995wt%以上である純銅において、実質的に再結晶組織を有し、平均結晶粒径が80ミクロン以下であり、かつビッカース硬さが100以下であることを特徴とするスパッタリング用銅ターゲット。

【請求項2】 純度が99.995wt%以上である純銅のインゴットを熱間加工し、その後900℃以下の温度で焼鈍を行い、ついで冷間圧延を40%以上の圧延率で施した後、500℃以下の温度で再結晶焼鈍することを特徴とするスパッタリング用銅ターゲットの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スパッタリングにより半導体配線等となる純銅の膜を形成するために用いられるスパッタリング用銅ターゲットおよびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】半導体デバイスにおいては、情報処理の高速化は必要不可欠である。また、高機能化の必要性からゲート長や配線幅の微細化が行われている。しかし、微細化した配線に高速化のために大電流をながすと、電流密度が増加し、電流密度の増加は抵抗の増大を招く。このような抵抗値の増大は、処理信号の遅延の原因になり、半導体デバイスの高速化の障害となっている。配線等の微細化対策としては、従来から用いられている配線材料であるAlCu合金よりも40%程度抵抗の低い純銅に配線の適用が検討され、実用化されつつある。

【0003】上述した半導体配線等の微細化は、さらに進行し、現在0.20μm程度の幅になっており、今後ますます狭くなる。そして、半導体デバイスにおいては、絶縁層とコンタクト部が瘤み状、あるいは階段状に形成されているため、このような形状に依存することなく均一な配線膜を形成することが求められる。この配線膜の形成には、一般にターゲットを用いたスパッタリング法が用いられる。スパッタリング法は、ターゲットから放出された極微細な粒子を基板に付着させることで薄膜を形成する技術である。このスパッタリング法においては、ターゲットから飛び出す粒子の方向、すなわち放出角度が一定ではなく分布をもっているため、深い瘤み状に形成したコンタクトホール内に配線膜を形成しようとすると、側面への付着が多くなり、底部への付着量が少なくなってしまうという問題がある。

【0004】この対策として、製造装置であるスパッタリング装置にコリメータと呼ばれるフィルタを取り付け、方向性の揃ったスパッタ粒子のみがコンタクトホール方向へ飛着するという方法を採用することが多い。また、ターゲットと基板距離を長くして、方向性の揃ったスパッタ粒子のみコンタクトホールに到達する方法も試

みられている。しかし、上述した2つの方法は、方向性の揃わない粒子を排除する方法であり、この方法だけでは生産性の低下は避けられない。そのため、できるだけ方向性の揃ったスパッタリング粒子を放出する技術の開発が求められる。

【0005】また、スパッタリング法においては、上述したスパッタリング粒子の方向性の問題に加えて、粗大クラスタ(スプラッシュ、パーティクル、ダストとも呼ばれる)の発生も大きな問題である。粗大クラスタが発生すると、正常な薄膜とはならず、付着不良が発生して、断線等の問題を引き起こす場合がある。本発明の上記問題点に鑑み、スパッタリング粒子の方向性をそろえ、かつ粗大クラスタの発生を低減したスパッタリング用銅ターゲットおよびその製造方法を提供することである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の問題に対して、ターゲットの改善からその対策を鋭意検討した。その結果、結晶粒の微細化と、歪み量の低減によ

り、粗大クラスタの発生が低減できるとともに、ターゲットからスパッタされた銅粒子の方向性がそろい、狭くて深いコンタクトホールでも均一に銅配線を成形することが可能であることを見いだし本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明は、純度が99.995wt%以上である純銅において、実質的な再結晶組織を有し、平均結晶粒径が80ミクロン以下であり、かつビッカース硬さが100以下であるスパッタリング用銅ターゲットである。好ましくは、平均結晶粒径は、30ミクロン以下、最大結晶粒径を100ミクロン以下とする。

【0008】また、本発明のターゲットの製造方法は、純度が99.995wt%以上である純銅のインゴットを熱間加工し、その後900℃以下の温度で焼鈍を行い、ついで冷間圧延を40%以上の圧延率で施した後、500℃以下の温度で再結晶焼鈍して、ターゲットを得るものである。

【0009】さらにビッカース硬さを100HV以下にする。すなわち歪み量を低減することによって、一層直進性が向上し、かつスパッタリングの際に粗大な異物の発生が低減されるスパッタリング用銅ターゲットである。

## 【0010】

【発明の実施の形態】本発明の重要な特徴の一つは、純度が99.995wt%以上である純銅において、ミクロ組織を再結晶組織とし、その平均結晶粒径を80μm以下に制限するとともに、ターゲットの有する歪みを低減したことである。まず、再結晶組織に調整することにより、加工時に結晶粒が蓄えた歪み量の差違をなくすことで、スパッタリングの進行を均一化させ、スパッタリング表面にできるだけ凹凸を形成させないようにするこ

とができる。本発明者の検討によれば、純度99.995wt%以上の純銅においては、圧延による冷間加工歪みを加え、その後加熱すれば、再結晶組織を得ることが可能である。これにより、表面の凹凸による斜面によって、斜め方向にスパッタ粒子が飛び、スパッタ粒子の方向が広がるのを防止できる。

【0011】また、再結晶組織にすることに加えて、結晶粒を微細化することが、スパッタ粒子の方向性をそろえるのに極めて効果が高い。その理由は、不詳であるが、微細な結晶粒に調整することで、結晶粒界の存在あるいは結晶粒毎のスパッタリング速度の違いの影響で発生する局部的なスパッタリングのエロージョン進行のばらつきが目立たなくなり、スパッタリングターゲット表面に極度の凹凸の発生を防いでいるためと考えられる。本発明者の検討によれば、本発明に適用する純銅においては、上述した再結晶組織を得る過程において、たとえば、冷間圧延を40%以上の圧延率で施した後、500°C以下の温度に調整した焼鈍を適用することにより、平均結晶粒径が80ミクロン以下、好ましくは30ミクロン以下、最大結晶粒径100ミクロン以下の均一微細組織に調整することでスパッタ粒子の方向性を揃えることができる。

【0012】さらに、歪み量の多い、すなわち硬いことで特定されるターゲットを使用した場合は、スパッタリング時の歪みの解放による粗大なクラスタの発生とそれに起因する凹凸の発生がある。そのため、歪み量の多いターゲットでは、スパッタ粒子の方向性が揃わないものとなる。本発明においては、銅ターゲットの歪みを除きスパッタリングの方向性の改善が明確となるターゲットのピッカース硬さを100以下と規定した。上述した純銅ターゲットの再結晶組織における凹凸の発生の抑制効果は、粗大クラスタの発生の抑制にも効果があることが認められた。

【0013】本発明の製造方法においては、銅ターゲット素材であるインゴットを熱間加工後の900°C以下の温度で焼鈍を行う。熱間加工後の焼鈍は、冷間加工前の

10

20

30

歪みのばらつきをなくして、冷間加工による均一な歪みを付加するために重要である。また、焼鈍温度の上昇は粗大な結晶粒を形成する。こうなると、冷間圧延後の再結晶は主に粒界で起こるが、この起点となる結晶粒界が粗かつ不均一に分布することになる。よって冷間加工後の再結晶焼鈍において、均一な再結晶組織が得られないという問題が起こる。しかし900°C以上で冷間加工前の熱処理を行い結晶粒を粗大化させた場合にも、冷間加工と焼鈍を繰り返すことにより、均一微細組織は得られる。ただし、この工程では著しく生産性が低下しつつ生産コストが増加する。したがって、900°C以下の焼鈍温度とする必要がある。好ましくは、熱間加工の終了温度より150°C低い温度から終了温度までの温度範囲である。

【0014】また、冷間圧延率を40%以上としたのは、40%未満であると再結晶のための焼鈍温度を高くする必要があり、再結晶時に微細結晶粒が得られなくなるためである。また、冷間圧延後の再結晶焼鈍の温度を500°C以下としたのは、500°Cを越える温度で焼鈍を行うと、再結晶粒が粗大化するためである。好ましくは、熱間加工を850~500°Cの間で行い、その後焼鈍を350°C~500°Cで行う。その後の冷間圧延を80%以上行い、最後に再結晶させる焼鈍を200~450°Cで行うものとする。

## 【0015】

【実施例】本発明の実施例を以下に示す。表1に示す銅インゴットを表2に示す条件で、熱間加工し焼鈍を行い、ついで冷間圧延、その後再結晶焼鈍を行った。得られたターゲット素材を直径300mm×厚み4mm機械加工し、DCマグネットロンスパッタリング用ターゲットとした。得られたターゲットを用いて、到達真空度5×(10のマイナス5乗)Pa、アルゴン圧力0.3Pa、供給電力15W/cm<sup>2</sup>シリコン基板へのスパッタリングを行った。

## 【0016】

## 【表1】

化学組成(ppm)

| 成分  | Cu  | P | O | Pb | Zn | Bi | Cd | Hg | S | Se | Te |
|-----|-----|---|---|----|----|----|----|----|---|----|----|
| 分析値 | BAL | 2 | 2 | 5  | 1  | 1  | 1  | 1  | 8 | 1  | 1  |

【0017】

【表2】

# BEST AVAILABLE COPY

( 4 )

特開平 11-158614

5

6

| No. | 製造工程              |                                   |              |                                  | 備考  |
|-----|-------------------|-----------------------------------|--------------|----------------------------------|-----|
|     | 熱間加工時の<br>加熱温度(℃) | 熱間加工後の<br>焼純条件<br>T(℃) ×<br>1(時間) | 冷間圧延率<br>(%) | 再結晶焼純<br>条件<br>T(℃) ×<br>0.5(時間) |     |
| 1   | 840               | 450                               | 85           | 250                              | 比較例 |
| 2   | 840               | 700                               | 85           | 250                              | 比較例 |
| 3   | 840               | 905                               | 85           | 450                              | 比較例 |
| 4   | 840               | 500                               | 35           | 510                              | 比較例 |
| 5   | 840               | 500                               | 80           | 300                              | 本発明 |
| 6   | 840               | 450                               | 85           | 350                              | 本発明 |
| 7   | 840               | 600                               | 75           | 400                              | 本発明 |

【0018】評価は、スパッタリング粒子の方向性については、ボトムカバレージ率を指標とした。このボトムカバレージはホール径 0.5 μm でアスペクト比 1.5 のコンタクトホールに成膜した際のトップ膜厚とボトム膜厚の差の比より算出した。すなわち、ボトムカバレージ率の値が高いということは、コンタクトホールの底部により多くのスパッタ粒子が到達したことを示すもので

あり、スパッタ粒子の方向性が揃っていることを意味するものである。また、粗大クラスターの発生に起因する異物については 6 インチウェハー中の 0.3 μm 以上の発生個数で評価した。これらの評価結果を表 3 に示す

【0019】

【表 3】

| No. | 平均結晶粒径(μm) | 最大結晶粒径(μm) | 硬さ(HV) | 異物数(個) | ボトムカバレージ(%) | 評価 | 備考  |
|-----|------------|------------|--------|--------|-------------|----|-----|
| 1   | 未再結晶       | 未再結晶       | 105    | 24     | 19          | ×  | 比較例 |
| 2   | 未再結晶       | 未再結晶       | 110    | 26     | 18          | ×  | 比較例 |
| 3   | 161        | 830        | 61     | 18     | 17          | ×  | 比較例 |
| 4   | 82         | 167        | 63     | 13     | 17          | ×  | 比較例 |
| 5   | 13         | 65         | 62     | 6      | 26          | ◎  | 本発明 |
| 6   | 43         | 98         | 95     | 10     | 24          | ○  | 本発明 |
| 7   | 65         | 110        | 59     | 9      | 23          | ○  | 本発明 |

【0020】表 3 から分かるように、本発明の範囲にある平均結晶粒径と硬さの試料 No. 5, 6, 7 ではボトムカバレージが 20 % 以上あり、スパッタ粒子の方向性が揃っている。特に、平均結晶粒径 3.0 μm 以下である No. 5 では 26 % と非常に良い直進性を示している。また、異物数も 10 個以下となっており、非常に異物の発生数も少ない。一方、再結晶化できなかった試料 No. 1 および No. 2 は、ボトムカバレージが低く、スパッタ粒子の方向性が揃っていないことがわかる。また、熱間圧延後の焼純温度が本発明の範囲よりも高い試料 No. 3 は、再結晶が均一に起こらず、本発明の範囲を外れた粗大な結晶粒を生成し、十分なボトムカバレージが得られず、スパッタ粒子の方向性が揃っていないことがわかる。

【0021】冷間圧延率が 35 % 低く、かつ冷間圧延後の焼純温度が高いために、結晶粒が粗大化した試料 No. 4 では、No. 3 と同様にボトムカバレージ率が

17 % と低い。さらに異物数も 13 個と多くなっていることが分かる。図 1 に本発明例の均一微細ミクロ組織を有している No. 5 の組織写真を示す。また、図 2 に比較例のミクロ組織が不均一で粗大化している試料 No. 3 の組織写真を示す。

【0022】

【発明の効果】本発明の半導体配線用銅ターゲットおよびその製造方法は、半導体の高速化、微細化を進める上で必要となる銅配線をスパッタリング加工で行う際に、効率良く成膜でき、かつ歩留まり向上が図れる。このことは半導体産業において、非常に重要な発明である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明のターゲットの 400 倍のミクロ組織写真である。

【図 2】比較例のターゲットの 25 倍のミクロ組織写真である。

BEST AVAILABLE COPY

( 5 )

特開平 11-158614

【図 1】

図面代用写真



( ×400 )

25 μm

本発明 No.5

【図 2】

図面代用写真



( ×25 )

400 μm

比較例 No.3

フロントページの続き

(51) Int.CI.

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

686

686

A

691

691

B

694

694

A